

© WPI / DERWENT

- AN - 1982-69324E [33]
- TI - Ceramic cutting tool - is made from silicon nitride, yttrium oxide, aluminium oxide and boron carbide
- AB - J57111280 Raw material for the prepn. of ceramic cutting tool consists of silicon nitride, yttrium oxide, aluminium oxide and boron carbide.
- In further detail, mixt. of Si₃N₄ contg. 70% alpha-Si₃N₄ (100 pts.wt.), Al₂O₃ (2 pts.wt.), Y₂O₃ (5 pts.wt.) and B₄C (0.5-1 pt.wt.) is sintered at 1700 deg.C and 250 kg/cm². Sintered silicon nitride body having 80-95 kg/mm² of bending strength is obtd.
- Silicon nitride contg. a large amt. of alpha-Si₃N₄ and having considerable amt. of lattice defects is sintered rapidly and the properties of the sintered body are improved by addn. of Al₂O₃, Y₂O₃ and B₄C to Si₃N₄. Useful for the cutting tool for aluminium alloys and for the structural parts which require high resistance to thermal shock. }
- W - CERAMIC CUT TOOL MADE SILICON NITRIDE YTTRIUM OXIDE ALUMINIUM OXIDE BORON CARBIDE
- PN - JP57111280 A 19820710 DW198233 004pp
- JP2004552B B 19900129 DW199008 000pp
- IC - C04B35/58
- MC - L02-H02B
- DC - L02
- PA - (NIUB) NIPPON TUNGSTEN KK
- AP - JP19800186329 19801227
- PR - JP19800186329 19801227

⑨ 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-111280

⑤ Int. Cl.³
C 04 B 35 58

識別記号
1 0 2

庁内整理番号
7412-4G

⑥ 公開 昭和57年(1982)7月10日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ セラミック切削工具用材料

⑯ 発明者 三角清仁

⑰ 特 願 昭55-186329

福岡市南区大字塩原字山王460
番地日本タングステン株式会社
内

⑱ 出 願 昭55(1980)12月27日

⑲ 発明者 古川満彦

⑳ 発明者 原芳雄

福岡市南区大字塩原字山王460
番地日本タングステン株式会社
内

福岡市南区大字塩原字山王460
番地日本タングステン株式会社
内

㉑ 発明者 北平孝

㉒ 出 願 人 日本タングステン株式会社

福岡市南区大字塩原字山王460
番地日本タングステン株式会社
内

福岡市南区大字塩原字山王460
番地

㉓ 代 理 人 弁理士 有吉教晴

明 細 書

1 発明の名称 セラミック切削工具用材料
2 特許請求の範囲
3 酸化けい素、酸化イットリウム、酸化アルミニウム及び炭化ほう素より成ることを特徴とするセラミック切削工具用材料

4 発明の詳細な説明
本願発明は切削工具材料として優れた特性を有するセラミック切削工具用材料に関するものである。

近年酸化けい素 (Si₃N₄) はジェットエンジン、ジェット、原子力発電、メカニカルシール等工業材料として注目されておる。これは、特にすぐれた性質一高温・高温の強度が大きく、化学的に安定で熱衝撃抵抗が大きく溶融非鉄金属と親和性がないところの性質を利用しようとするものである。また最近これらの優れた性質を切削工具材料に使用する試みがなされているが Si₃N₄ が共有結合の強い化合物であるため焼結性が悪く、一般に Y₂O₃、Y₂O₃、Y₂O₃-Al₂O₃、CoO、Al₂O₃、

AlN-Al₂O₃、-SiO₂、Zr化合物などの焼結添加剤を加え高密度化を図っている。また Si₃N₄ 原料粉末として、α型とβ型のいずれを使うかで焼結体の結晶粒形が異なり、その結果特性が大きく変化し、α-Si₃N₄ を原料に用いると焼結体の結晶粒は長柱状になり、強度が強化されるため一般にα-Si₃N₄ 含有率の大きいものを用いることが望ましいとされている。

この Si₃N₄ 粉末の焼結性について種々の検討を加えた結果、その焼結性を迅速かつ十分にさせる添加剤として Al₂O₃、Y₂O₃、B₂O₃ が非常に効果的であることを見出した。

以下に本願発明をなすに至った実験並びにその結果を示す。

< 実験 1 >

α 型 70% の純度 92.8%、平均粒子径 170nm の Si₃N₄ に純度 92.99% 平均粒子径 0.5μm Al₂O₃ (2 wt%) 純度 99.9% 平均粒子径 1μm の Y₂O₃ (5 wt%) および平均粒子径 1μm の B₂O₃ 粉末を第1表の如く配合しボールミル混合により混合し、N₂ 雰囲気にて

1700℃、250g/cm²にてホットプレス焼結を行なった。その物性値を同じく第1表に示す。

第 1 表

試料 No.	B, C 添加量 wt%	物 性 値		
		比 重	硬さ HRA	抗折力 kg/cm ²
1	0	3.18	91.8	60~68
2	0.5	3.19	92.0	70~79
3	0.5	3.21	92.8	88~95
4	1.0	3.22	92.6	80~92
5	2.0	3.22	92.7	79~97
6	2.5	3.17	91.6	64~70

<実験2>

・ 率 70%, 純度 99.8%, 平均粒子径 1.70μm の Si₃N₄ 粉末をマフヘ 0.5~2.5 の気流を発生させる超音速ノズルより連続的に供給し、ノズルより 8mm 前方に設置した衝突板に固気混合流体を連続的に衝突した。

この様に処理した Si₃N₄ 粉末の X 線回折をした。この場合の条件は、銅の Kα 線、フィルターとして Ni を用い発散スリット 2°, 受光スリット 0.15°

第 2 表

試料 No.	分離度 DM	配 合 量			物 性 値		
		Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	B, C	比 重	硬さ HRA	抗折力 kg/cm ²
4	209	2	5	1.0	3.22	92.6	80~92
7	200	2	5	1.0	3.21	92.7	70~78
8	190	2	5	1.0	3.22	92.6	79~91
9	180	2	5	1.0	3.22	92.6	77~98
10	170	2	5	1.0	3.24	93.2	86~101
11	160	2	5	1.0	3.24	93.1	88~99
12	140	2	5	0.5	3.24	93.1	92~98
13	140	2	5	1.0	3.24	93.2	90~108
14	120	2	5	1.0	3.24	93.2	95~112

<実験3>

・ 率 70%, 純度 99.8%, 平均粒子径 1.70μm の Si₃N₄ 粉末に衝突エネルギーを付与し微視的型 (DM=1.70) を有する粉末に Al₂O₃ 2wt%, Y₂O₃ 5wt%, B, C 0.5wt% 添加混合した固気混合原料粉末を窒化ホウ素 (BN) で被覆した 50×50×5mm カーボン型に入れ窒素ガス雰囲気中で 1700~1800℃で 1 時間、圧力 100, 150, 200, 300g/cm² でホットプレス焼結を

時間 57-111280(2)

電圧 86KV, 電流 125mA, プロポーションナルカウンタ 2000/S 時定数 4 S, 記録紙速度 20mm/min, 走査速度 10mm/min としたものである。

その回折図形の内の β-Si₃N₄ (321) ピークのバックグラウンドからの高さを、α-Si₃N₄ (321) の回折図形と β-Si₃N₄ (321) の回折図形とのそれぞれのピーク間にある谷間の最下部のバックグラウンドからの高さで除した値を DM と表示する。この様にして得られた DM 値が種々異なる Si₃N₄ 粉末を用いて、これに α-Al₂O₃ 粉末, Y₂O₃ 粉末, B, C 粉末を第 2 表の如く配合し 1700℃, 250g/cm² でホットプレス焼結を行なった。その時の物性値を同じく第 2 表に示す。

行なつた。

得られた 50×50×5mm 焼結体から 7×6×1.5mm の試験片を切り出し比重、硬さ、抗折力を測定した。その結果を第 3 表に示す。

第 3 表

試料 No.	Hot Press 条件		物 性 値		
	温 度	圧力 g/cm ²	比 重	硬さ HRA	抗折力 kg/cm ²
15	1700	100	3.08	90.6	51~63
16		150	3.23	93.0	89~98
17		200	3.24	93.1	88~104
18	1750	100	3.09	91.2	62~78
19		150	3.23	93.1	88~108
20		250	3.24	93.2	86~109
21	1800	100	3.22	92.9	88~97
22		150	3.24	93.1	87~110

<実験4>

実験 2 にて得られた試料の焼結体を切削工具形状 SNGN482, 糸面寸法 0.1×0.07 に加工しそれぞれを切削試験に供し、性能判定を行つた。また、試料として現在市販されているセラミックス工具の代表

品として 70wt% Al₂O₃ 工具について比較切削試験を行なった。70wt% Al₂O₃ - 30wt% SiC 比重 4.24 硬さ HRA94.6 を有していた。

その時の試験条件は、切削速度 1000m/min、切削条件 V=25

切削材: 鋼鉄 FC

切削条件: V=25

d=1.6mm

f=0.07mm/rev

T=100℃

このフライス切 試

第

試 料	V=250
市販セラミックス Al ₂ O ₃ -TiC	0.075
4	0.07
8	0.095
9	0.090
10	0.065
12	0.070

させ衝突エネルギーを回折図形を示す。このにおける α-Si₃N₄ (321) 線から実験へと角度を

実験 2 にみられるが、効果が見られ

なお、Si₃N₄ 粒径について比較実験エネルギーもその効果が得られる。Si₃N₄ 粒径 1μm 程度の値を若干変化させ

第 3 表にみられるが、4mm から効果がみら

以上を必要とされて

力が 150g/cm² 以上で

第 4 表にみられる切削工具材料としてそ

係として 70wt% Al_2O_3 - 30wt% TiC の組成をもつ工具について比較切削性能試験を行なった。なお 70wt% Al_2O_3 - 30wt% TiC 系のセラミック工具は、比重 4.4 硬さ HRA94.6 曲げ強さ 90kg/cm² の物性値を有していた。

その時の試験条件は次の通りである。即ち

<フライス切削試験>

被削材：鋳鉄 FC25 (90×250mm)

切削条件：V = 250, 350, 450 m/min

d = 15mm

f = 0.2mm/tooth

T = 10mm

このフライス切削試験結果を第4表に示す。

第4表

試 料	VB mm		
	V=250	V=350	V=450
試料 10	0.075	0.055	0.150
4	0.090	0.080	0.420
8	0.095	0.055	0.400
9	0.090	0.080	0.370
18	0.055	0.055	0.050
12	0.070	0.050	0.050

さす衝突エネルギーを付与した Si_3N_4 粉末の X 線回折図形を示す。この結果衝突前後の Si_3N_4 粉末における α - Si_3N_4 (8:2), β - Si_3N_4 (2:1) 回折線が点線から実線へと拡角度側へ移動しているのがわかる。

実験 2 にみられる様に DM 値は 170 以下のもので効果がみられる。

なお、 Si_3N_4 粒径が 1 ~ 10 μm までのものについて衝突エネルギーで各種の試験をしたがいずれもその効果が得られた。また、衝突エネルギーは Si_3N_4 粒径の違いにより超音速ノズルでの気流速度を若干変化させる必要がある。

第 5 表にみられる様にホットプレスの圧力は 150 kg/cm² から効果がみられる。この圧力は従来 200 kg/cm² 以上を必要とされていたものに較べて著しく原料粉末が軟化されている事がわかる。また、温度も圧力が 150 kg/cm² 以上であれば 1700℃ 以上で充分焼結することがわかり著しく焼結しやすい。

第 4 表にみられる様に本発明実施例 4, 10, 12 に切削工具材料としてその性能が優れている事が判る。

以上の実験結果より次の事が判る。即ち、実験 1 にみられる如く B, C を添加したものは低温にて容易に焼結し B, C の添加量は 0.5wt% ~ 2wt% の範囲で特に効果がみられる。0.5wt% 以下では余り効果がみられず 2wt% 以上では Si_3N_4 と反応し炭化ケイ素となり緻密化しにくい。B, C の添加効果の原因として Si_3N_4 の一部が B, C により脱酸が行なわれることと B, C の酸化により Si_3N_4 結晶粒子間の結合力を増加せしめるものと考えられる。Y, O を Al_2O_3 の添加量については、例えば「強化ケイ素質焼結体の製造方法」特許出願番号昭 55-14518 や「 Al_2O_3 及び Y, O を添加した Si_3N_4 の焼結」一橋薬学会誌 36, 3 (1977) 408 に見られるように Y, O は 10wt% 以下、 Al_2O_3 は 5wt% 以下でその効果がみられる。本発明においてはこれに更に B, C を添加することにより相乗効果を生じせしめたものである。

次に図面に示すのは、実験 2 で行なった様な微視的歪を付与する前の Si_3N_4 粉末をマツヘ 2 の気流によりノズルから前方に設置した衝突板に衝突

この切削性能の優れている理由は鋳鉄の断絶的の削のような苛酷な切削条件下では、工具材料の機械的強度と熱衝撃パラメータとが大きく左右されている。本発明実施例の工具材はその点機械的性質に優れしかも現在市販されている Al_2O_3 系セラミック工具材料より熱衝撃パラメータに優れている点があげられる。

以上述べて来た如く、本発明のセラミック切削工具用材料は、かなり多量の格子欠陥を有する Si_3N_4 を含有している原料より造られているので製造時に焼結性に優れている。 α - Si_3N_4 の含有量は 80 wt% ~ 95 wt% が好ましく、この中でも特に β - Si_3N_4 を 10wt% ~ 15wt% 含むものがより好ましい。上述した時にかなり多量の格子欠陥を有する Si_3N_4 を原料とすれば焼結性が良くなるのは、焼結促進剤と Si_3N_4 粉末の格子欠陥に密着する微視的歪により自己拡散係数が増大する結果、 Si_3N_4 の焼結が促進されるからであると考えられる。

また、本発明材料より得られるセラミック工具はその導かれた微視的歪により鋳鉄以外の金属、例えば

ばアルミニウム合金などの切削工具や熱衝撃が加わる構造材料部品にも使用することが可能である。

4 図面の簡単な説明

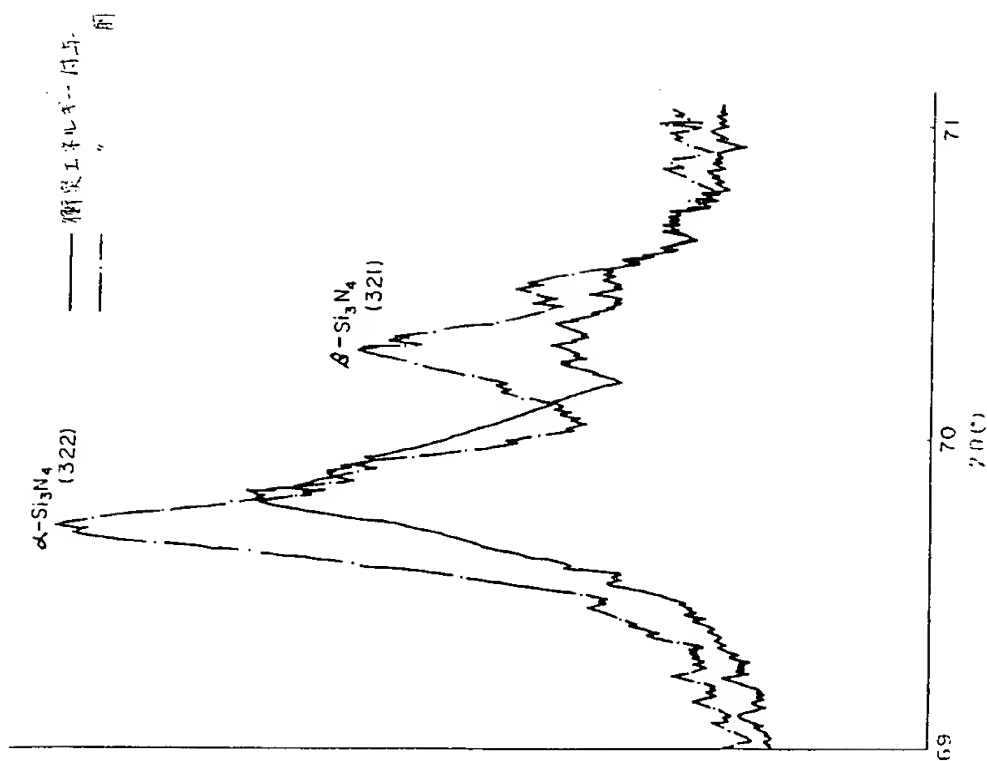
図面は実験で行なつた Si₃N₄ 粉末についての X 線回折図形。

特開2557-111280(4)

Int. Cl.³
C 04 B 35 5

窒化珪素 焼結

①特 願 1
②出 願 1
③発 明



1 発明の名称
窒化珪素
2 発明の要旨
窒化珪素 粉末
20℃以下、焼結
る温度域に於て
α-Si₃N₄、β-Si₃N₄
の両相を含有
3 発明の要旨を
図面に示す。
窒化珪素焼結
体は、α-Si₃N₄、
β-Si₃N₄の両相
を含有する。
4 発明の要旨を
図面に示す。
窒化珪素焼結
体は、α-Si₃N₄、
β-Si₃N₄の両相
を含有する。